

THE UNION OF SOVIET  
SOCIALIST REPUBLIC

(11) 468527

The British Library  
8 April 1982  
Science Reference Library

(51) M. Cl.<sup>3</sup>  
D 06 M 13/46  
D 06 M 15/30

(53) UDK 677.46.021.817(088.8)

USSR STATE COMMITTEE OF  
INVENTION AND DISCOVERIES

## DESCRIPTION OF INVENTION TO AUTHORS CERTIFICATE

---

(61) Additional to authors certificate -  
(22) Claimed 10.12.73 (21) 1965641/23-05  
with added claim No. -  
(23) Priority -  
(43) Published 11.07.80. Bulletin No.41  
(45) Date of description published 11.07.80

---

(72) Authors of B.N. Kija-Oglu, Z.A. Rogovin, L.S. Sletkina,  
the invention K.N. Bildinov, G.S. Ismagilova, M.I. Ljapunov  
and U.Ja. Anuphrieva

(71) Applicant Moscow Textile Institute

---

### (54) METHOD OF TREATMENT TEXTILE MATERIAL

The invention relates to the textile industry, in particular, to methods of treatment textile materials from natural and synthetic fibers with quaternary fluoro-containing ammonium compounds.

It is known the application of quaternary fluoro-containing ammonium compounds on the base of ternary amines: pyridine, aromatic or aliphatic amines. Later material is submitted to thermal treatment, and as a result, an interaction between quaternary compound and a fiber is taken place with release of amine, impairing public health condition at work.

For improvement of sanitary condition it is carrying out an

additional fabric washing; by this the regeneration of amine from wash water is extremely difficult.

In order to increase the water-, mud- and oil-repelling properties of material it is proposed the use of quaternary fluoro-containing ammonium compound on the base of mono- or poly-2-methyl-5-vinylpyridine, picked out from group: 2-(perfluoro-enantamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, 2-(perfluoropelargonamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluoroenantamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-pyridinechloride, poly-2-(perfluoropelargonamido)-ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluorovaleramido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride or their mixtures.

At the treatment of textile materials with vinyl-substituted amine at the presence of small (0.1-0.5%) additions of ammonium persulfate it occurs its polymerization on fabric.

Polymer polyfluoro-containing quaternary salts, formed within preliminary textile materials treatment or deposited on textile materials, are decomposed on further reaction with cellulose, wool, etc. with formation of poly-2-methyl-5-vinylpyridine, which is strongly retained by fabric without changing appearance and uneffecting negatively the fabric properties.

Therefore, the use of polyfluoro-containing quaternary salts 2-methyl-5-vinylpyridine or poly-2-methyl-5-vinylpyridine prevents the probability from contamination with amines the production space and waste waters, resulting in obtaining water-, oil-protective textile materials more effective and practically acceptable.

Quaternary salts on the base of haloidmethyl ethers polyfluoro-containing amidospirits and 2-methyl-5-vinylpyridine and poly-2-methyl-5-vinylpyridine are obtained through the known method.

Materials from wool, cellulose fibers (cotton) and synthetic fibers or their mixtures with other fibers are used as textile materials.

For fiber processing it is used quaternary fluoro-containing ammonium compounds: 2-(perfluoroenantamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, 2-(perfluoropelargonamido)-ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluoroenantamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridine, poly-2-(perfluoropelargonamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluorovaleramido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride or mixture of poly-2-(perfluorovaleramido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluoroenantamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride and poly-2-(perfluoropelargonamido)-ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride.

EXAMPLE 1. Processing of textile materials 2-(perfluoroenant-, 2-(perfluoropelargonamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridine chloride.

Cotton or viscose, or wool fabric are processing in 3% water solution of 2-(perfluoroenant-2-(perfluoropelargoamido)ethyloxy-

methyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride within 2-3 min, pressing out on padding machine and drying at 40-50°C. The dried out fabric is immersed in 0.2-1% solution of ammonium persulfate for 2-3 min, pressing out and drying off at 40-50°C, after this warming up at 120°C within 10-15 min (content of fluorine on the fabric is 0.8-1.6%), washed with warm water and dried off. The properties of processed fabric: water resistance 200 mm, oil-resistance 100-130 conven. units. Fabric is not wettable by vaseline, vacuum and other oils. The fluorine content and indicated properties practically remain intact after repeatedly soapy treatments and dry cleaning in perchloroethylene and trichloroethylene.

EXAMPLE 2. Process is conducted accordingly example 1, by using poly-2-(perfluoroenantamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride. Then one drop of ice-cold acetic acid is added, later after 30 min 10 cm<sup>3</sup> of water is added at the mixing. Viscose cotton is processed by obtained 0.5% solution of polymer at 50°C, pressed out and dried up at 50-60°C. After that the fabric is warmed within 10-15 min at 120°C. The fluorine content on the fabric is 0.2-0.3%. Water resistance is 150 mm. Oil resistance is 80 conven. units. Fabric is not wettable by vaseline, vacuum and other oils. The fluorine content on fabric and all mentioned above properties practically completely retain after repeatedly soapy treatments accordingly ГОСТ (All-Union State Standard) 3616-61, as well as after repeatedly dry cleanings accordingly ГОСТ 3134-52.

EXAMPLE 3. Process is conducted accordingly example 2 by using poly-2-(perfluorovaleramido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride. To do this 0.8 g of poly-2-(perfluorovaleramido)-ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride is dissolving in 10 cm<sup>3</sup> water at mixing within 30 min. Viscose cotton fabric is treated by the obtained salt solution, pressed out, dried up at 50-60°C. Then fabric is warmed at 130°C within 15-20 min. The fluorine content on the fabric is 1.5-1.8%. Oil resistance is 90-100 conventional units. Fabric is not wettable by vaseline, vacuum and other oils. Indicated properties are retained after repeatedly soapy-soda washings.

EXAMPLE 4. The process is conducted accordingly example 3 by using mixture of ammonium compounds: poly-2-(perfluorovaleramido)-ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluoroenantamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride and poly-2-(perfluoropelargonamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride. 5 g of indicated products mixture in ratio of 1:1:1 is dissolved in 50 ml of freon-113, then added 0.52 g of paraform(aldehyde) and processed in hydrogen chloride.

FORMULA OF INVENTION

Method of treatment textile material from natural and synthetic fibers through its impregnation in water solution of quaternary fluoro-containing ammonium compound and following thermal treatment is differentiated by the fact, that in order to increase water-, mud- and oil repellent properties of material it is used quaternary fluoro-containing ammonium compound on the base of mono- or poly-2-methyl-5-vinylpyridine, which is picked out from the group: 2-(perfluoroenantamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, 2-(perfluoropelargonamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluoroenantamido)-ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluoropelargonamido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride, poly-2-(perfluorovaleramido)ethyloxymethyl-2-methyl-5-vinylpyridinechloride or their mixture.

Translator Anna Leyderman Tel. (952) 888-7304

Союз Советских  
Социалистических  
Республик



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 468527

THE BRITISH LIBRARY

- 8 APR 1982

SCIENCE  
REFERENCE LIBRARY

D 06M 13/46  
D 06M 15/30

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 12.10.73 (21) 1965641/23-05

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

(43) Опубликовано 07.11.80. Бюллетень № 41 (53) УДК 677.46.021.  
.817(088.8)

(45) Дата опубликования описания 07.11.80

(72) Авторы  
изобретения В. Н. Кия-Оглу, З. А. Роговин, Л. С. Слеткина, К. Н. Бильдинов,  
Г. С. Исмагилова, М. И. Ляпунов и Ю. Я. Ануфриева  
(71) Заявитель  
Московский текстильный институт

### (54) СПОСОБ ОБРАБОТКИ ТЕКСТИЛЬНОГО МАТЕРИАЛА

1

Изобретение относится к текстильной промышленности, в частности к способам обработки текстильных материалов из натуральных и искусственных волокон четвертичными фторсодержащими аммониевыми соединениями.

Известно применение четвертичных фторсодержащих аммониевых соединений на основе третичных аминов: пиридина, ароматических или алифатических аминов. Материал далее термообрабатывают, в результате чего происходит взаимодействие четвертичного соединения с волокном с выделением амина, ухудшающего санитарно-гигиенические условия труда.

Для оздоровления проводят дополнительную промывку ткани; этим регенерация амина из промывной воды чрезвычайно затруднена.

С целью повышения водо-, грязе- и маслоотталкивающих свойств материала, предлагается использовать четвертичное фторсодержащее аммониевое соединение на основе моно- или поли-2-метил-5-винилпиридина, выбранное из группы: 2-(перфторэнантамида) этилоксиметил - 2 - метил-5-винилпиридинийхлорид, 2-(перфторпеларгонамида) этилоксиметил - 2-метил-5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторэнантамидо)

2

этилоксиметил - 2-метил-5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторпеларгонамидо) этилоксиметил -2- метил -5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторвалерамидо) этилоксиметил -2- метил -5- винилпиридинийхлорид, или их смеси.

При обработке текстильных материалов винилзамещенным амином в присутствии небольших (0,1—0,5%) добавок персульфата аммония происходит его полимеризация на ткани.

Образовавшиеся в процессе предварительной обработки текстильных материалов или нанесенные на текстильные материалы полимерные полифторсодержащие четвертичные соли разлагаются при дальнейшей реакции с целлюлозой, шерстью и так далее с образованием поли-2-метил-5-винилпиридина, который прочно удерживается тканью, не изменяя внешнего вида и не оказывая отрицательного влияния на ее свойства.

Таким образом, при использовании полифторсодержащих четвертичных солей 2-метил-5-винилпиридина или поли-2-метил-5-винилпиридина предотвращается вероятность загрязнения аминами производственных помещений и сточных вод, что делает процесс получения водо-, маслозащитных текстильных материалов технологически

более эффективным и практически приемлемым.

Четвертичные соли на основе галоидметиловых эфиров полифторсодержащих амидоспиртов и 2-метил-5-винилпиридины и поли-2-метил-5-винилпиридины получают известным способом.

В качестве текстильных материалов применяют материалы из шерсти, целлюлозных волокон (хлопка) и искусственных волокон или их смеси с другими волокнами.

Для обработки волокон используют четвертичные фторсодержащие аммониевые соединения: 2-(перфторэнантамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, 2-(перфторпеларгонамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторэнантамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторпеларгонамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторвалерамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид или смесь поли-2-(перфторвалерамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида, поли-2-(перфторэнантамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида и поли-2-(перфторпеларгонамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида.

Пример 1. Обработка текстильных материалов 2-(перфторэнант-, 2-(перфторпеларгонамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлоридом.

Хлопчатобумажную, или вискозную, или шерстяную ткань обрабатывают 3%-ным водным раствором 2-(перфторэнант-2-(перфторпеларгонамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида в течение 2-3 мин, отжимают на плюсокве и подсушивают при 40-50°C. Сухую ткань погружают на 2-3 мин в 0,2-1%-ный раствор персульфата аммония, отжимают и подсушивают при 40-50°C, а затем прогревают 10-15 мин при 120°C (содержание фтора на ткани 0,8-1,6%), промывают теплой водой и подсушивают. Свойства обработанной ткани: водоупорность 200 мм, маслостойкость 100-130 усл. ед. Ткань не смачивается вазелиновым, вакуумным и другими маслами. Содержание фтора и указанные свойства после многократных мыльных обработок и химчисток в перхлорэтилене и трихлорэтилене остаются практически без изменения.

Пример 2. Процесс ведут аналогично примеру 1, используя поли-2-(перфторэнантамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид. Затем прибавляют 1 каплю ледяной уксусной кислоты и спустя 30 мин при перемешивании 10 см<sup>3</sup> воды. Вискозную хлопчатобумажную ткань обрабатывают полученным 0,5%-ным раствором полимера при 50°C, отжимают и сушат при 50-60°C. Затем ткань прогревают 10-

15 мин при 120°C. Содержание фтора на ткани 0,2-0,3%. Водоупорность 150 мм, маслостойкость 80 усл. ед. Ткань не смачивается вазелиновым, вакуумным и другими маслами. Содержание фтора на ткани и все указанные выше свойства практически полностью сохраняются после многократных мыльных обработок по ГОСТ 3816-61, а также многократных химических чисток по ГОСТ 3134-52.

Пример 3. Процесс ведут аналогично примеру 2 при использовании поли-2-(перфторвалерамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида. Для этого 0,8 г поли-2-(перфторвалерамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида растворяют при перемешивании в течение 30 мин в 10 см<sup>3</sup> воды. Вискозную хлопчатобумажную ткань обрабатывают полученным раствором соли, отжимают, сушат при 50-60°C. Затем ткань прогревают 15-20 мин при 130°C. Содержание фтора на ткани 1,5-1,8%. Маслостойкость 90-100 усл. ед. Ткань не смачивается вакуумным, вазелиновым и другими маслами. Указанные свойства сохраняются после многократных мыльно-содовых стирок.

Пример 4. Процесс ведут аналогично примеру 3, применяя смесь аммониевых соединений: поли-2-(перфторвалерамидо)-этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида, поли-2-(перфторэнантамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида и поли-2-(перфторпеларгонамидо)-этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорида. 5 г смеси указанных продуктов в соотношении 1:1:1 растворяют в 50 мл фреона-113, добавляют 0,52 г параформа и обрабатывают хлористым водородом.

#### Формула изобретения

Способ обработки текстильного материала из натуральных и искусственных волокон путем пропитки его водным раствором четвертичного фторсодержащего аммониевого соединения и последующей термообработки, отличающейся тем, что, с целью повышения водо-, грязе- и маслостойкости, отличающейся тем, что, с целью повышения водо-, грязе- и маслостойкости свойств материала, используют четвертичное фторсодержащее аммониевое соединение на основеmono- или поли-2-метил-5-винилпиридинина, выбранное из группы: 2-(перфторэнантамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, 2-(перфторпеларгонамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторэнантамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторпеларгонамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, поли-2-(перфторвалерамидо)этилоксиметил-2-метил-5-винилпиридинийхлорид, или их смеси.